

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 02180789  
PUBLICATION DATE : 13-07-90

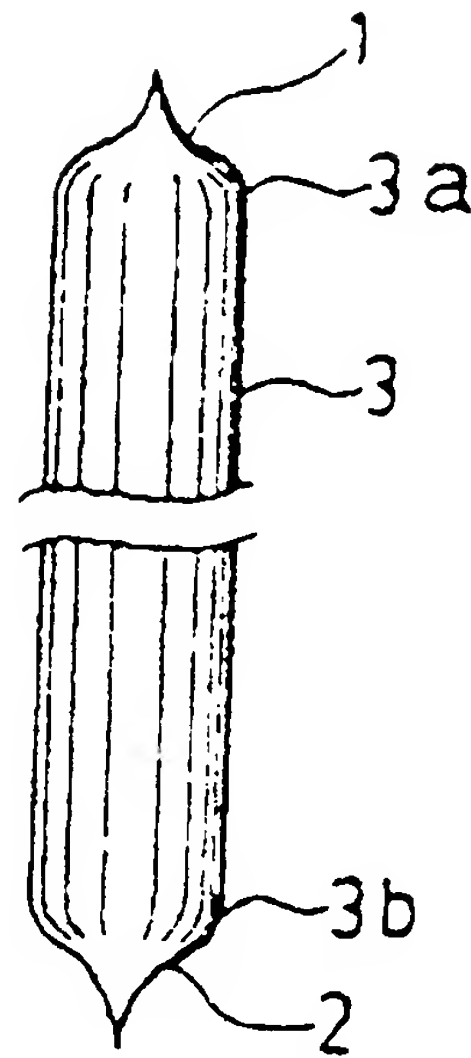
APPLICATION DATE : 05-01-89  
APPLICATION NUMBER : 64000144

APPLICANT : KAWASAKI STEEL CORP;

INVENTOR : ECHIZENYA KAZUHIKO;

INT.CL. : C30B 15/20 C30B 29/06 H01L 21/208

TITLE : PRODUCTION OF SI SINGLE  
CRYSTAL



ABSTRACT : PURPOSE: To obtain an ingot nearly free from defects by previously measuring temp. distribution in the pulling direction of an ingot during pulling from molten Si and by starting the formation of the tail of the ingot when the top of the straight body of the ingot reaches a position at which the top attains to a prescribed temp.

CONSTITUTION: Temp. distribution in the pulling direction of an ingot during pulling from molten Si by the Czochralski method is previously measured and the interval between the surface of the molten Si and the top 3a of the straight body 3 of the ingot at the time when the top 3a attains to 900°C is calculated from the temp. distribution. The formation of the tail 2 of the ingot is started before the top 3a is pulled by the interval. The density of crystal defects in the straight body 3 for wafers is reduced.

COPYRIGHT: (C) JPO

- (19) Japanese Patent Office<sup>-</sup>  
(12) **Publication of Unexamined Patent Application (A)**  
(11) Disclosure Number: **Hei 2-180789**  
(43) Date of Disclosure: 1990.07.13  
(51) International Patent Classification:  
C30B 15/20  
C30B 29/06  
H01L 21/208  
Examination not yet requested.  
Number of Claims: 1  
Total Pages: 3  
(54) Title of the Invention: Silicon Single Crystal Manufacturing Method  
(21) Filing Number: Sho 64-144  
(22) Date of Application: 1989.01.05  
(71) Applicant: Kawasaki Steel Corporation  
1-1-28, Kitahonmachidori  
Kobe-shi, Hyogo-ken  
(72) Inventor: Kazuhiko Echizenya  
Technical Research Laboratories  
Kawasaki Steel Corporation  
1-banchi, Kawasaki-cho  
Chiba-shi, Chiba-ken  
(73) Agent: Yoshio Kosugi, Attorney
- 

### 1. Title of the Invention

Silicon Single Crystal Manufacturing Method

### 2. Scope of the Patent Claims

[Claim 1] A method for the manufacture of silicon single crystal during which a silicon single crystal ingot is pulled from a silicon melt; the method comprising the steps of:

measuring temperature distribution beforehand of the ingot along the pulling direction during pulling;

determining beforehand, based upon the temperature distribution, the distance between the silicon melt upper surface and the upper body tip portion when the temperature of the upper body tip portion becomes 900°C; and

beginning formation of the tail portion when the distance between the silicon melt upper surface and the upper body tip portion is within the determined distance.

### 3. Detailed Explanation of the Invention

#### [Industrial Field of Application]

The present invention relates to a method for growth of a silicon single crystal by pulling from a silicon melt (referred to below as "melt") contained in a crucible during manufacture of a silicon single crystal by the Czochralski method.

**[Earlier Technology]**

Ingot manufacture by the Czochralski method occurs by contacting a silicon seed crystal with the melt, followed by growth of the silicon single crystal. **Figure 4** shows the visible shape of the obtained ingot. Item 1 is a cone-shaped crown that is formed during the start of ingot production. Item 2 is an inverted-cone-shaped tail that is formed at the end of ingot production. Item 3 is the body. Item 3a is the upper body tip portion which forms a boundary between crown 1 and body 3. Item 3b is the lower body tip portion which forms a boundary between body 3 and tail 2.

Among these parts of the ingot, the body is sliced into roughly 600  $\mu\text{m}$  thick disks which become wafers for semiconductor element manufacturing use.

The density of generated crystalline defects becomes high when the ingot stays for more than about a 4 hour time period within the temperature range of 900 - 500°C during pulling. Such a high defect density then lowers yield of semiconductor elements manufactured using a substrate wafer sliced from this ingot.

Devices have been added to the pulling apparatus and have been tested for forcefully cooling the ingot in order to shorten the time period that the ingot stays within the 900 - 500°C temperature range. However, such means make the pulling apparatus more complex. Such means also place a cooling tube within the apparatus, thereby causing deposition of SiO particles upon the cooling tube due to SiO gas formed by reaction between the melt and the crucible. Many such SiO particles fall to the melt, and the ingot loses single crystal structure if these particles become attached to the ingot. Therefore such devices are deficient due to the occurrence of such difficulties during the manufacture of single crystal ingot.

**[Problems to be Solved by the Invention]**

The present invention solves the problems of the above mentioned earlier technology. The present invention manufactures an ingot with few crystalline defects while utilizing the earlier technology apparatus without modification.

**[Means to Solve the Problems]**

In order to solve the above mentioned problems, the present invention provides a method for the manufacture of silicon single crystal during which a silicon single crystal ingot is pulled from a silicon melt; the method comprising the steps of: measuring temperature distribution beforehand of the ingot along the pulling direction during pulling; determining beforehand, based upon the temperature distribution, the distance between the silicon melt upper surface and the upper body tip portion when the temperature of the upper body tip portion becomes 900°C; and beginning formation of the tail portion when the distance between the silicon melt upper surface and the upper body tip portion is within the determined distance.

**[Operation of the Invention]**

Illustrations will be used to explain the present invention.

**Figure 1** is a graph showing an example temperature distribution of an ingot during pulling. This shows that ingot temperature is greater than or equal to 900°C at distances within 25 cm of the melt.

That is to say, formation of the tail at the bottom of the body occurs when the distance between the melt and the upper body tip portion reaches 25 cm in this example, and the tail may

be pulled from the melt after the completion of tail formation.

**Figure 2** shows the relationship between ingot temperature and the time passed since the start of tail formation. Within this graph, curve *a* is the temperature of the upper body tip portion, and curve *b* is the temperature of the lower body tip portion. Separation of the tail from the melt occurs 2 hours after the start of tail formation.

As is made clear by **Figure 2**, the lower body tip portion and the upper body tip portion stay for less than 3 hours in the temperature range of 900 - 500°C. Therefore crystalline defect density in the body portion that becomes the wafer can be reduced.

#### [Working Example]

A Czochralski type ingot manufacturing apparatus was used without an attached cooling tube, and a roughly 150 mm (6 inch) ingot was pulled. Ingot temperature distribution was measured. Temperature of the upper body tip portion reached 900°C when the distance from the melt reached 25 cm.

Therefore an ingot was manufactured with a body length of 25 cm.

Respective disk-shaped samples were taken from the obtained ingot along the axial direction at the upper tip, central portion, and lower tip. These samples then underwent 116 hours of heat treatment at 1050°C. Defect density was measured at the sample central region by the Sirtl etchant method. Mean values for each position are shown in **Figure 3**. Moreover, a comparative example (earlier technology method) ingot was produced in the same manner as the working example except that the body length was 75 cm. The comparative example measured values are also shown in **Figure 3**.

By the use of the method of the present invention, an ingot can be manufactured with a lower crystalline defect density than that of the earlier technology method.

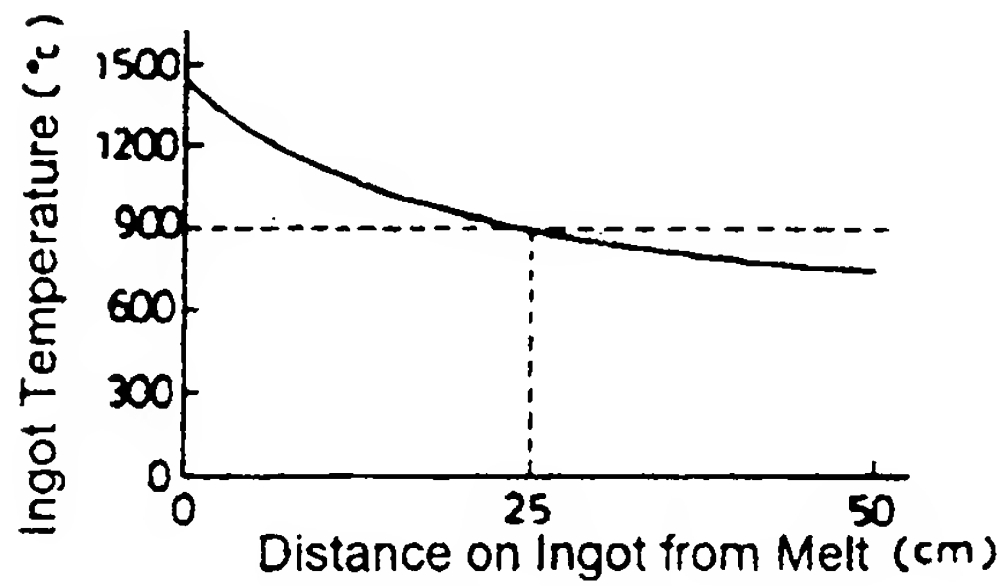
#### [Results of the Invention]

By use of the present invention, an ingot with few crystalline defects can be manufactured without the installation of a special device in the earlier technology apparatus.

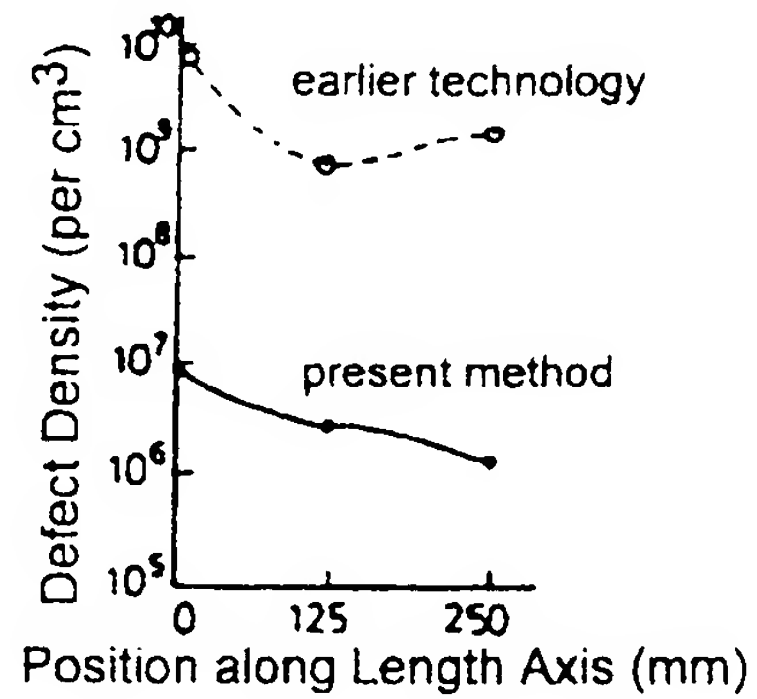
#### 4. Simple Explanation of the Illustrations

**Figure 1** shows the relationship between temperature of the ingot and the distance along the ingot from the melt. **Figure 2** shows the relationship between ingot temperature and the time passed since start of tail formation. **Figure 3** shows the relationship between defect density and position along the ingot length axis for the working example and comparative example. **Figure 4** shows the external appearance of the ingot.

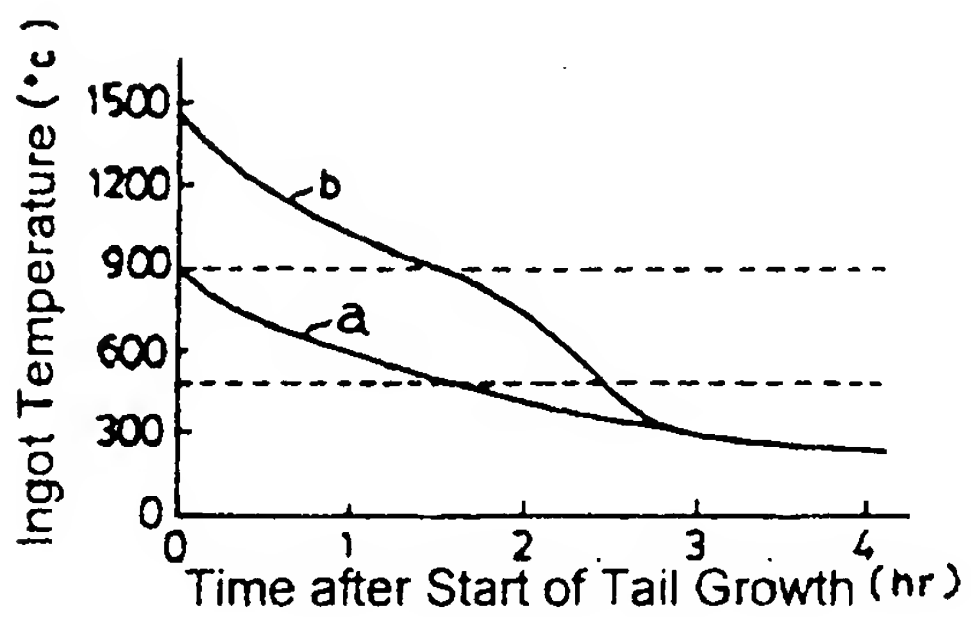
- 1 .... Crown
- 2 .... Tail
- 3 .... Body
- 3a .... Upper body tip portion
- 3b .... Lower body tip portion



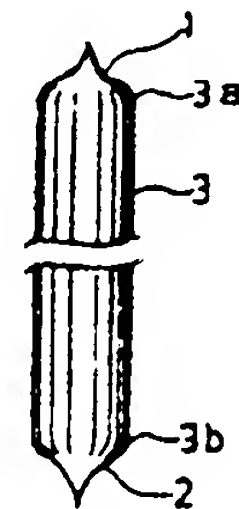
[Figure 1]



[Figure 3]



[Figure 2]



[Figure 4]

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平2-180789

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)7月13日

C 30 B 15/20  
29/06  
H 01 L 21/208

P

8518-4G  
8518-4G  
7630-5F

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 Si単結晶の製造方法

⑯ 特 願 昭64-144

⑰ 出 願 昭64(1989)1月5日

⑱ 発 明 者 越 前 谷 一 彦 千葉県千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究本部内

⑲ 出 願 人 川崎製鉄株式会社 兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号

⑳ 代 理 人 弁理士 小杉 佳男

明 細 書

1. 発明の名称

Si単結晶の製造方法

2. 特許請求の範囲

1. Si融液から引上法にてSi単結晶インゴットを製造する方法において:

引上げ中の該インゴットの引上方向の温度分布を予め測定し:

該温度分布から、該インゴットの直胴部上端の温度が900℃となる、Si融液上面と直胴部上端との距離を求めておき:

直胴部上端とSi融液上面との距離を前記求めた距離以内として尾部の形成を開始することを特徴とするSi単結晶の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明はSi融液(以下メルトと記す)を収容したるつばよりSi単結晶を成長させて引上げ、Si単結晶インゴット(以下インゴットと記す)を製造する方法(チョクラルスキー法)に関する

ものである。

[従来の技術]

チョクラルスキー法によるインゴットの製造は、メルトにSi種子結晶を接触させてSi単結晶を成長させ、インゴットとして引上げる方法で、得られたインゴットは外観を第4図に示した形状をなし、1はインゴット製造開始時の円錐形状の胴部、2はインゴット製造終了時の逆円錐形状の尾部、3は円柱状の直胴部、3aは胴部1と直胴部3との境界をなす直胴部上端、3bは尾部2と直胴部3との境界をなす直胴部下端である。

インゴットのうち、直胴部が厚さ約600μmの円板に切断され、半導体素子製造用ウエハとなる。

インゴットは引上途中で900~500℃の温度範囲に約4時間以上滞留すると結晶欠陥の発生密度が高くなる。このためこのインゴットより切出したウエハを基板として製造される半導体素子の歩留りが低下する。

900~500℃の温度範囲に滞留する時間を



短くするために、インゴットを強制的に冷却する手段を引上装置に付設することが試みられたが、引上装置が複雑となるばかりでなく、冷却間を装置内に設置するため、メルトとるつぼとの反応生成物であるSiOガスが冷却間にSiO粒子として析出し、SiO粒子がメルトに落下することが多く、この粒子がインゴットへ付着すれば成長していたインゴットを多結晶化してしまい、単結晶インゴットの製造が困難となる問題点を有している。

〔発明が解決しようとする課題〕

本発明は上記従来技術の問題点を解決し、従来の引上装置をそのまま使用しながら、結晶欠陥の少ないインゴットを製造しようとするものである。

〔課題を解決するための手段〕

本発明は上記課題を解決するために、

Si融液から引上法にてSi単結晶インゴットを製造する方法において、

引上げ中の該インゴットの引上方向の温度分布を予め測定し、

である。なお、尾部のメルトよりの切断は、尾部成形開始時より2時間後であった。

第2図から明らかなように、直胴部下端は勿論、直胴部上端も、900～500℃の温度範囲に滞留する時間は3時間未満で、ウエハとなる直胴部の結晶欠陥密度を低減できる。

〔実施例〕

冷却間を付設しないチョクラスキー法インゴット製造装置を用い、直径約150mm(6インチ)のインゴットを引上げ、インゴットの温度分布を測定した。直胴部上端は、メルト上面からの距離が25cmとなった時に900℃となった。

よって、直胴部の長さが25cmのインゴットを製造した。

得られたインゴットから、長手方向、上端部、中央部、下端部よりそれぞれ円板状試料を採取し、1050℃×116hrの熱処理を行い、その中心部の欠陥密度をジトルエッチ法で測定し、各位置での平均値を第3図に示した。なお、

該温度分布から、該インゴットの直胴部上端の温度が900℃となる、Si融液上面と直胴部上端との距離を求めておき、

直胴部上端とSi融液上面との距離を前記求めた距離以内として尾部の形成を開始することの特徴とするSi単結晶の製造方法、を提供するものである。

〔作用〕

本発明を図面を用いて説明する。

第1図は引上途中のインゴットの温度分布の一例を示す図で、メルトからの距離が25cm以内のインゴットの温度は900℃以上となっていることを示している。

すなわちこの例においては、直胴部上端とメルトとの距離が25cmになった時に直胴部の形成を打ち切って尾部の形成を始め、尾部の成形が終了した時点で尾部をメルトより切断すればよい。

尾部成形開始時よりの経過時間とインゴットの温度との関係を第2図に示した。図中、曲線aは直胴部上端の温度、曲線bは直胴部下端の温度

直胴部の長さを75cmとした他は実施例と同様にした比較例(従来法)についての測定値を第3図に併記した。

本発明の方法により、従来法に比して欠陥密度の少ないインゴットを製造することができた。

〔発明の効果〕

本発明により、結晶欠陥の少ないインゴットを、従来の装置に特別な装置を付加することなく製造することができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

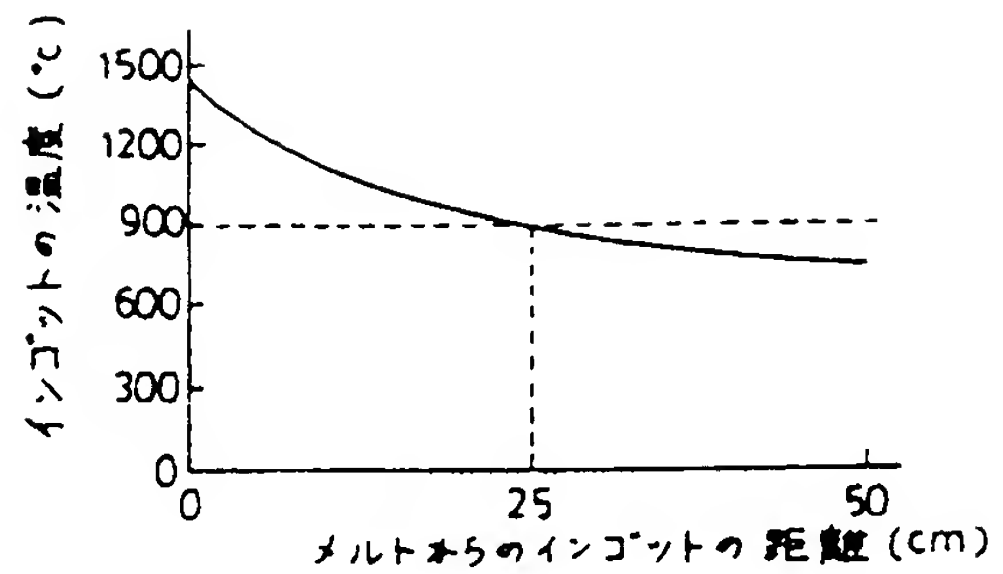
第1図はメルトからのインゴットの距離とインゴットの温度との関係を示す図、第2図は尾部成形開始時よりの時間とインゴットの温度との関係を示す図、第3図は実施例および比較例におけるインゴットの長手方向位置と欠陥密度との関係を示す図、第4図はインゴットの外観を示す図である。

- 1…胴部
- 2…尾部
- 3…直胴部

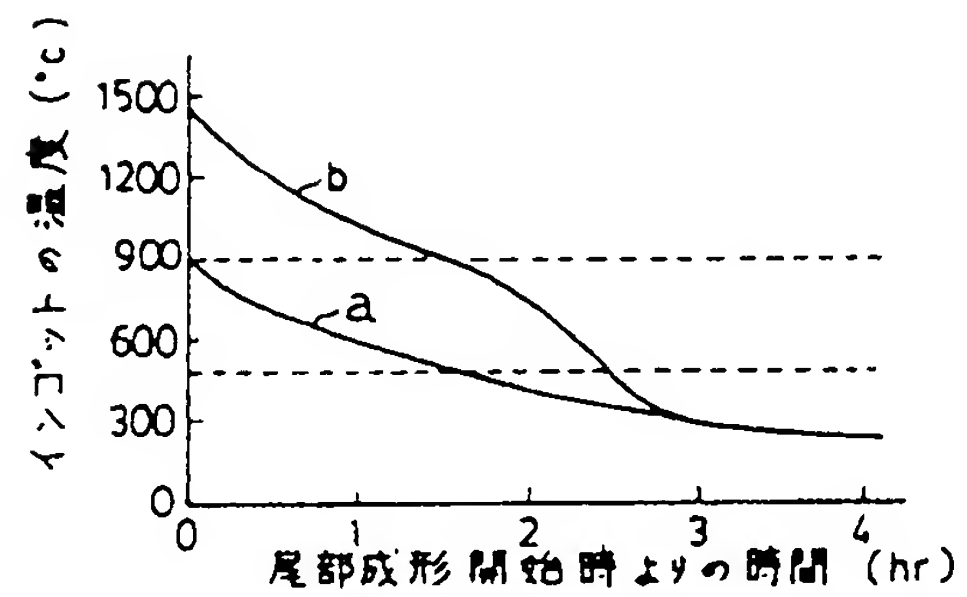
3 a ... 直胴部上端

3 b ... 直胴部下端

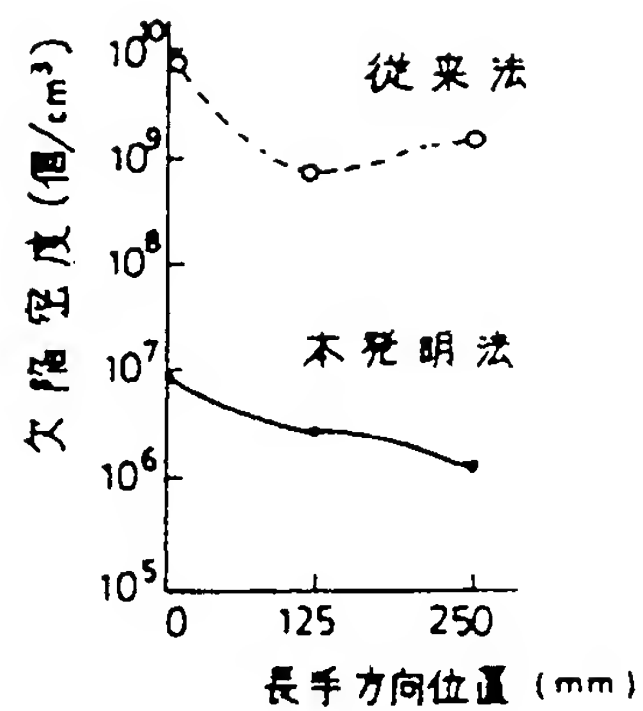
出 願 人 川 崎 製 鉄 株 式 会 社  
代 理 人 弁 理 士 小 杉 佳 男



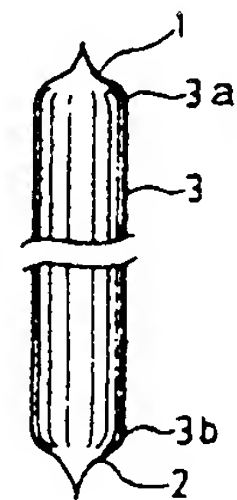
第 1 図



第 2 図



第 3 図



第 4 図



**PRODUCTION OF Si SINGLE CRYSTAL**

Patent Number: JP2180789  
Publication date: 1990-07-13  
Inventor(s): ECHIZENYA KAZUHIKO  
Applicant(s): KAWASAKI STEEL CORP  
Requested Patent: ☐ JP2180789  
Application: JP19890000144 19890105  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C30B15/20; C30B29/06;  
EC Classification:  
Equivalents:

---

**Abstract**

---

**PURPOSE:** To obtain an ingot nearly free from defects by previously measuring temp. distribution in the pulling direction of an ingot during pulling from molten Si and by starting the formation of the tail of the ingot when the top of the straight body of the ingot reaches a position at which the top attains to a prescribed temp.

**CONSTITUTION:** Temp. distribution in the pulling direction of an ingot during pulling from molten Si by the Czochralski method is previously measured and the interval between the surface of the molten Si and the top 3a of the straight body 3 of the ingot at the time when the top 3a attains to 900 deg.C is calculated from the temp. distribution. The formation of the tail 2 of the ingot is started before the top 3a is pulled by the interval. The density of crystal defects in the straight body 3 for wafers is reduced.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)7月13日

C 30 B 15/20  
29/06  
H 01 L 21/208

P

8518-4G  
8518-4G  
7630-5F

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 Si単結晶の製造方法

⑯ 特 願 昭64-144

⑰ 出 願 昭64(1989)1月5日

⑱ 発 明 者 越 前 谷 一 彦 千葉県千葉市川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究本部内

⑲ 出 願 人 川 崎 製 鉄 株 式 会 社 兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号

⑳ 代 理 人 弁 理 士 小 杉 佳 男

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

Si単結晶の製造方法

## 2. 特許請求の範囲

1. Si融液から引上法にてSi単結晶インゴットを製造する方法において:

引上げ中の該インゴットの引上方向の温度分布を予め測定し:

該温度分布から、該インゴットの直胴部上端の温度が900℃となる、Si融液上面と直胴部上端との距離を求めておき:

直胴部上端とSi融液上面との距離を前記求めた距離以内として尾部の形成を開始することを特徴とするSi単結晶の製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明はSi融液(以下メルトと記す)を収容したるつぼよりSi単結晶を成長させて引上げ、Si単結晶インゴット(以下インゴットと記す)を製造する方法(チョクラルスキー法)に関する

ものである。

〔従来の技術〕

チョクラルスキー法によるインゴットの製造は、メルトにSi種子結晶を接触させてSi単結晶を成長させ、インゴットとして引上げる方法で、得られたインゴットは外観を第4図に示した形状をなし、1はインゴット製造開始時の円錐形状の胴部、2はインゴット製造終了時の逆円錐形状の尾部、3は円柱状の直胴部、3aは胴部1と直胴部3との境界をなす直胴部上端、3bは尾部2と直胴部3との境界をなす直胴部下端である。

インゴットのうち、直胴部が厚さ約600μmの円板に切断され、半導体素子製造用ウエハとなる。

インゴットは引上途中で900~500℃の温度範囲に約4時間以上滞留すると結晶欠陥の発生密度が高くなる。このためこのインゴットより切出したウエハを基板として製造される半導体素子の歩留りが低下する。

900~500℃の温度範囲に滞留する時間を

短くするために、インゴットを強制的に冷却する手段を引上装置に付設することが試みられたが、引上装置が複雑となるばかりでなく、冷却筒を装置内に設置するため、メルトとるつぼとの反応生成物であるSiOガスが冷却筒にSiO粒子として析出し、SiO粒子がメルトに落下することが多く、この粒子がインゴットへ付着すれば成長していたインゴットを多結晶化してしまい、単結晶インゴットの製造が困難となる問題点を有している。

〔発明が解決しようとする課題〕

本発明は上記従来技術の問題点を解決し、従来の引上装置をそのまま使用しながら、結晶欠陥の少ないインゴットを製造しようとするものである。

〔課題を解決するための手段〕

本発明は上記課題を解決するために、

Si融液から引上法にてSi単結晶インゴットを製造する方法において、

引上げ中の該インゴットの引上方向の温度分布を予め測定し、

である。なお、尾部のメルトよりの切断は、尾部成形開始時より2時間後であった。

第2図から明らかなように、直胴部下端は勿論、直胴部上端も、900～500℃の温度範囲に滞留する時間は3時間未満で、ウェハとなる直胴部の結晶欠陥密度を低減できる。

〔実施例〕

冷却筒を付設しないチョクラルスキー法インゴット製造装置を用い、直径約150mm(6インチ)のインゴットを引上げ、インゴットの温度分布を測定した。直胴部上端は、メルト上面からの距離が25cmとなった時に900℃となった。

よって、直胴部の長さが25cmのインゴットを製造した。

得られたインゴットから、長手方向、上端部、中央部、下端部よりそれぞれ円板状試料を採取し、1050℃×116hrの熱処理を行い、その中心部の欠陥密度をジルトルエッチ法で測定し、各位置での平均値を第3図に示した。なお、

該温度分布から、該インゴットの直胴部上端の温度が900℃となる、Si融液上面と直胴部上端との距離を求めておき、

直胴部上端とSi融液上面との距離を前記求めた距離以内として尾部の形成を開始することの特徴とするSi単結晶の製造方法、

を提供するものである。

〔作用〕

本発明を図面を用いて説明する。

第1図は引上途中のインゴットの温度分布の一例を示す図で、メルトからの距離が25cm以内のインゴットの温度は900℃以上となっていることを示している。

すなわちこの例においては、直胴部上端とメルトとの距離が25cmになった時に直胴部の形成を打切って尾部の形成を始め、尾部の成形が終了した時点で尾部をメルトより切断すればよい。

尾部成形開始時よりの経過時間とインゴットの温度との関係を第2図に示した。図中、曲線aは直胴部上端の温度、曲線部bは直胴部下端の温度

直胴部の長さを75cmとした他は実施例と同様にした比較例(従来法)についての測定値を第3図に併記した。

本発明の方法により、従来法に比して欠陥密度の少ないインゴットを製造することができた。

〔発明の効果〕

本発明により、結晶欠陥の少ないインゴットを、従来の装置に特別な装置を付加することなく製造することができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図はメルトからのインゴットの距離とインゴットの温度との関係を示す図、第2図は尾部成形開始時よりの時間とインゴットの温度との関係を示す図、第3図は実施例および比較例におけるインゴットの長手方向位置と欠陥密度との関係を示す図、第4図はインゴットの外観を示す図である。

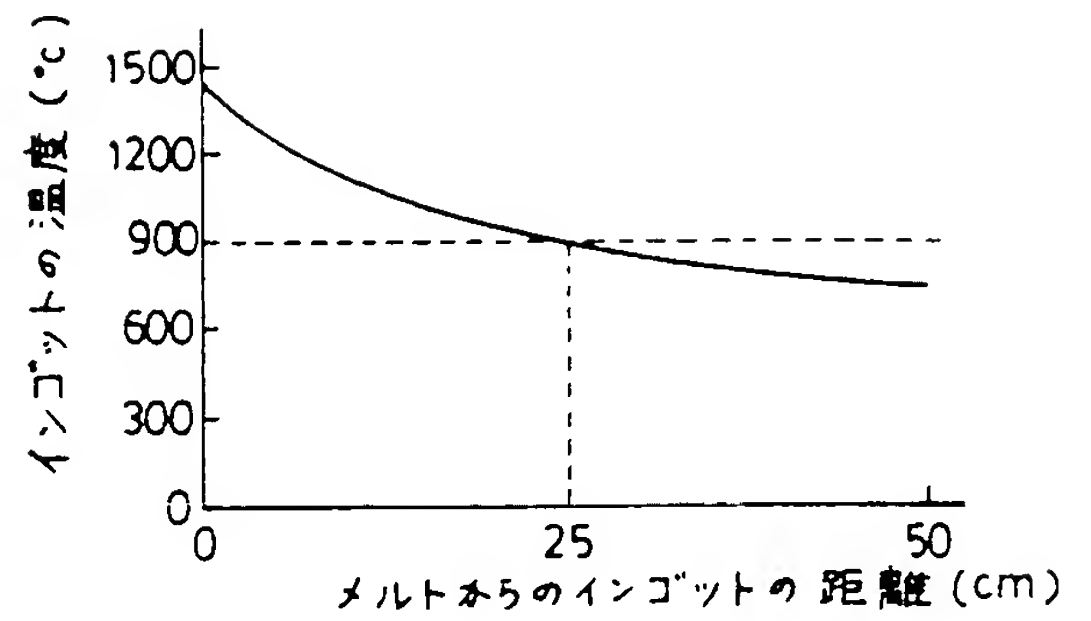
- 1…胴部
- 2…尾部
- 3…直胴部

3 a ... 直胴部上端

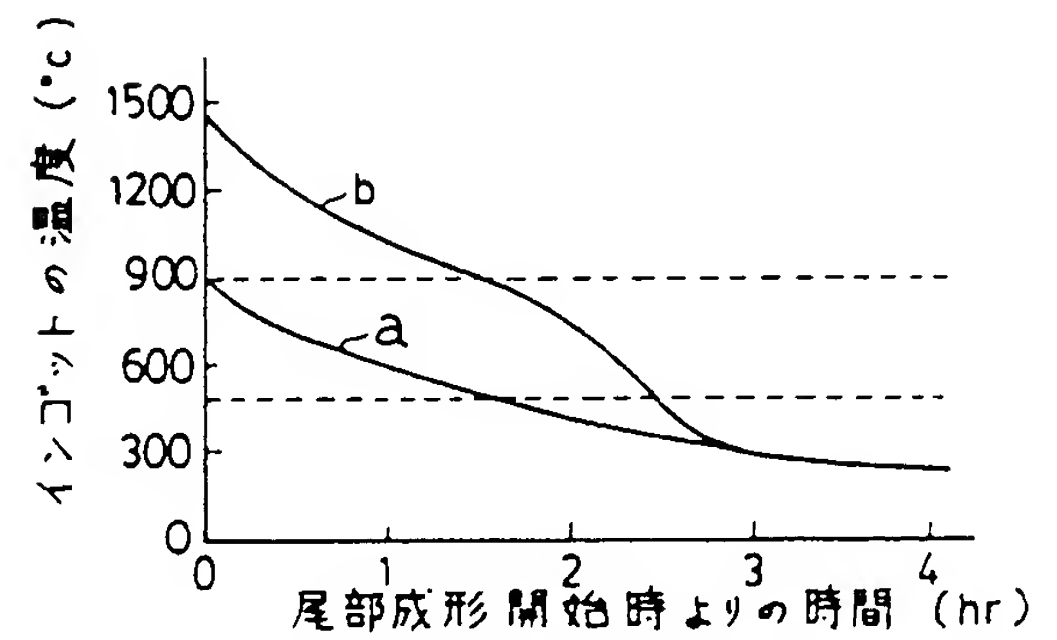
3 b ... 直胴部下端

出 願 人 川 崎 製 鉄 株 式 会 社

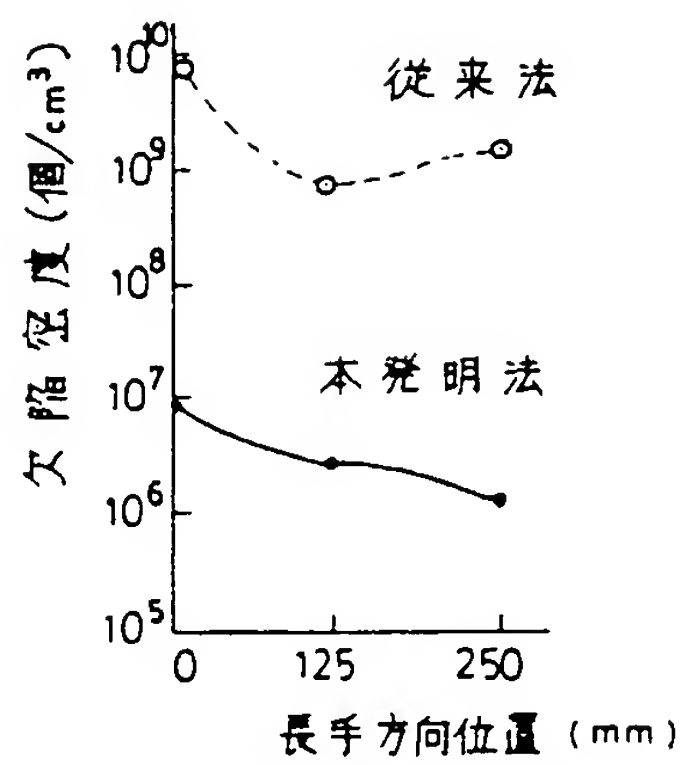
代 理 人 井 理 士 小 杉 佳 男



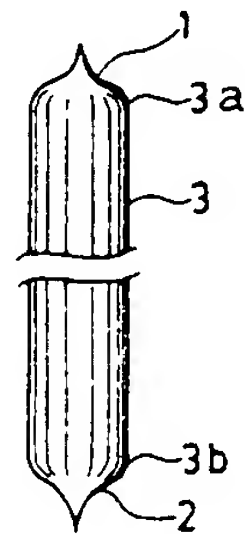
第 1 図



第 2 図



第 3 図



第 4 図